

**Espacenet****Bibliographic data: JP 10087317 (A)****SILICIC ACID MODIFIED TO SILANE, ITS PRODUCTION AND LOW VISCOSITY POLYMER SYSTEM CONTAINING THE SAME AND HAVING LOW YIELD VALUE**

Publication date:	1998-04-07
Inventor(s):	HARTMANN WERNER DR; MEYER JUERGEN DR; JACOBSEN HAUKE DR; HENNIG THOMAS DR; KARBE HENNIG; SCHACHTLEY UWE +
Applicant(s):	DEGUSSA +
Classification:	 international: C01B33/18; C08K3/36; C08K9/06; C09C1/30; C09C1/68; C09D7/00; C09D7/02; C09G1/00; C09K3/00; C09K3/10; C09K3/14; (IPC1-7): C01B33/18; C08K9/06; C09C1/30; C09C1/68; C09D7/02; C09K3/00; C09K3/14 European: B82Y30/00; C01B33/18; C08K3/36; C09C1/30D12; C09D7/00E; C09G1/00; C09K3/10
Application number:	JP19970106937 19970424
Priority number (s):	DE19961016781 19960426
Also published as:	<ul style="list-style-type: none">• JP 3553315 (B2)• DE 19616781 (A1)• KR 100260325 (B1)• EP 0808880 (A2)• EP 0808880 (A3)• more

Abstract of JP 10087317 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a silicic acid modified to silane and reducing viscosity. **SOLUTION:** Water or a dilute acid is first sprayed on silicic acid in a proper mixing vessel if necessary and then a surface modifying reactive agent or a mixture of several kinds of surface modifying reactive agents is sprayed. They are stirred for 15-30min, heat-treated at 100-400 deg.C for 1-6r, broken, compressed and pulverized to produce the objective silicic acid modified to silane and having such physical and chemical characteristics as 80-400m²/g specific surface area, 7-40nm primary particle size, 50-300g/l tap density, pH3-10, 0.1-15% carbon content and <200% DBP number.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-87317

(43)公開日 平成10年(1998)4月7日

(51)Int.Cl.⁶

C 01 B 33/18
C 08 K 9/06
C 09 C 1/30
1/68
C 09 D 7/02

識別記号

F I

C 01 B 33/18
C 08 K 9/06
C 09 C 1/30
1/68
C 09 D 7/02

C

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 3 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平9-106937

(22)出願日

平成9年(1997)4月24日

(31)優先権主張番号 19616781.7

(32)優先日 1996年4月26日

(33)優先権主張国 ドイツ (DE)

(71)出願人 590002378

デグッサ アクチエングゼルシャフト
ドイツ連邦共和国 フランクフルト アム
マイン ワイスフラウエンストラーゼ

9

(72)発明者 ヴェルナー ハルトマン

ドイツ連邦共和国 バーベンハウゼン リ
ヒテンベルガー シュトラーゼ 24ア-
9

(72)発明者 ユルゲン マイア-

ドイツ連邦共和国 シュトックシュタット
ハンスベックラー-シュトラーゼ 4
9

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 シラン化ケイ酸、その製法及びそれを含有する低い降伏値を有する低粘度ポリマー系

(57)【要約】

【課題】 シラン化ケイ酸

【解決手段】 適当な混合容器中のケイ酸に、激しい混合下に、場合により、先ず水又は希酸を、引き続き、表面変性反応薬又は数種の表面変性反応薬からなる混合物を噴霧し、15~30分後攪拌し、100~400°Cの温度で1~6時間熱処理し、引き続き、破壊/圧縮及び後粉碎して、次の物理学的-化学的特性:比表面積80~400m²/g、一次粒度7~40nm、タップ密度5.0~3.00g/l、pH3~10、炭素含有率0.1~1.5%、DBP-数<200%を有するシラン化ケイ酸を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の物理学的・化学的特性を有するシラン化ケイ酸：

比表面積 (m ² /g)	80~400、
一次粒度 (nm)	7~40、
タップ密度 (g/l)	50~300、
pH	3~10、
炭素含有率 (%)	0.1~15、
DBP-数 (%)	<200。

【請求項2】 請求項1に記載のシラン化ケイ酸の製法において、適当な混合容器中のケイ酸に、激しい混合下に、場合により、先ず水又は希酸を、引き続き、表面変性反応薬又は数種の表面変性反応薬からなる混合物を噴霧し、15~30分、後攪拌し、100~400°Cの温度で、1~6時間熱処理し、引き続き、この疎水性シラン化ケイ酸を、機械的作用により破壊／圧縮し、かつミル中で後粉碎することを特徴とする、請求項1に記載のシラン化ケイ酸の製法。

【請求項3】 請求項1に記載のシラン化されたケイ酸を含有する、低い降伏値を有する低粘度ポリマー系、つや消し剤、フリーフロー剤、ケーブルゲル、液体プラスチック系及び反応樹脂中の抗沈降剤、研磨剤及び研磨物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、低粘稠化性シラン化ケイ酸、その製法及びその使用に関する。

【0002】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、低粘稠化性シラン化ケイ酸、その製法を発見することであった。

【0003】

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、次の物理学的・化学的特性を有するシラン化ケイ酸である：

比表面積 (m ² /g)	80~400、
一次粒度 (nm)	7~40、
タップ密度 (g/l)	50~300、
pH	3~10、
炭素含有率 (%)	0.1~15、
DBP-数 (%)	<200。

【0004】本発明のもう1つの目的は、低粘稠化性シラン化ケイ酸の製法であり、それは、適当な混合容器中のケイ酸に、激しい混合下に、場合により、先ず水又は希酸を、引き続き、表面変性反応薬又は数種の表面変性反応薬からなる混合物を噴霧し、15~30分、後攪拌し、100~400°Cの温度で、1~6時間熱処理し、

引き続き、疎水性シラン化ケイ酸を、機械的作用により（例えば、ボールミル中で）破壊／圧縮し、かつミル（例えば、エアジェットミル、ピンディスクミル）中で後粉碎することを特徴とする。

【0005】ケイ酸としては、有利に、SiCl₄の炎内加水分解による高熱分解で製造されたケイ酸を使用することができる。

【0006】表面変性反応薬としては、例えば、ヘキサメチルジシラザンを使用することができる。

【0007】本発明のもう1つの目的は、本発明の低粘稠化性シラン化ケイ酸を、低い降伏値を有する低粘度のポリマー系、例えば、1-及び2-成分過酸化物縮合架橋性シリコーンゴム材料及び付加架橋性シリコーンゴム材料、接着剤、成形体、充填物等の製造のために使用すること、例えば、ラッカー、シート中でのつや消し剤として、フリーフロー剤（例えば、SAP、消火粉末）として、ケーブルゲル（Kabelgelen）の製造のために、液体プラスチック系及び反応樹脂（例えば、合成大理石、ポリマー・コンクリート、義歯）中での抗沈降剤として、研磨剤及び／又は研磨体として使用することである。

【0008】本発明の低粘稠化性シラン化ケイ酸は、次の利点を有する：合成ケイ酸で強化されるポリマー系中で、初めて非常に高い充填率で、良好な機械的強度が達成される。これは、公知のケイ酸では、相応する充填物、成型物、複製物等の製造／コンパウンドの際の強化ケイ酸のその場の疎水によってのみ可能であった。この方法は、非常に時間がかかり、かつエネルギーを浪費する。

【0009】本発明のケイ酸は、その僅かな粘稠化作用及び低い降伏値により、例えば、高い充填率及びそれによる良好な機械的強度を可能にする。前記の経費のかかるコンパウンドプロセスは、完全に除くことができる。

【0010】本発明の方法は、連続的な方法実施に基づき、製品品質に乱れが生ずることが減るという利点を有する。

【0011】

【実施例】Aerosil 200を、水4.3部及びHMDS（ヘキサメチルジシラザン）18.5部と混合し、かつ140°Cに加熱する。引き続き、疎水性にシラン化されたケイ酸を、連続的に処理する垂直ボールミルで、約250g/lまで圧縮した。この後、このケイ酸を、エアジェットミルを用いて後粉碎する。

【0012】得られたケイ酸は、次の特性を有する：

【0013】

【表1】

例	BET m ² /g	タップ 密度 g/l	pH	C-含有率	乾燥減損 %	灼熱 減量 %	DBP- 数 %
VT 1128/1	145	188	7,3	2,7	2,4	0,3	90

【0014】

実用技術的試験

2K-RTV-シリコーンラバー (充填率20%)

レオロジー: 降伏価 1.9 Pa

粘度 30.9 s⁻¹機械的特性: 引張強度 1.7 N/mm²

伸張度 230%

引裂強さ 14.0 N/mm

ショア-A硬度 34.

フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	(72) 発明者	ヘニング カルベ
C 09 K 3/00	103	C 09 K 3/00	ドイツ連邦共和国 グスタフスブルク エ	
3/14	550	3/14	ミールフォンベーリングーシュトラー	
(72) 発明者 トーマス ヘニッヒ	セ 16	(72) 発明者 ウーヴェ シャハテリ		
ドイツ連邦共和国 ゲルンハウゼン シュ		ドイツ連邦共和国 ローデンバッハ ベル		
ペッサルトシュトラーセ 5		クシュトラーセ 10		